

Aq. polysiloxane dispersions, useful in polish and release agents - contain organo-polysiloxane with condensable gps., mono- and di-alkyl alkoxy-silane (s), crosslinking catalyst, emulsifier and water

Publication number: DE4231184

Publication date: 1994-03-24

Inventor: SEJPKA JOHANN DIPL CHEM DR (DE); WIMMER FRANZ (DE)

Applicant: WACKER CHEMIE GMBH (DE)

Classification:

- **International:** C08L83/04; C09G1/04; C09G1/12; C10M107/50; C10M173/02; C08L83/00; C09G1/00; C10M107/00; C10M173/02; (IPC1-7): C08J3/24; C10M107/50; C08L83/10; C08G77/06; C08J3/03; C09G1/04; C09G1/16; C10M173/02; C08K5/57; C10N40/36

- **European:** C08L83/04; C09G1/04; C09G1/12; C10M107/50; C10M173/02

Application number: DE19924231184 19920917

Priority number(s): DE19924231184 19920917

[Report a data error here](#)

Abstract of DE4231184

Aq dispersions of organo-polysiloxanes (I) comprise (A) organopolysiloxane with condensable gps., (B) silane of formula R2Si(OR3)3, (C) silane of formula (R4)2Si()R5)2, (D) crosslinking catalyst, (E) emulsifier and (F) water. R2, R4 = 1-18C hydrocarbyl; R3, R5 = H or 1-6C alkyl. USE/ADVANTAGE - Used in polishes etc. for hard surfaces (car bodywork etc.) and in release agents for organic polymers. The claims include (i) care materials for hard surfaces, pref. contg. 2-10 wt.% dispersion (I), (ii) a process for treating hard surfaces by applying such materials, and (iii) polymer release agents contg. (I). Polishes contg. (I) are stable for at least 1 year at room temp. and contain minimal amts. of organic solvent; they are easily applied and spread out by rubbing, to give a film with excellent resistance to weathering and washing. Release agents contg. (I) remain effective for many demoulding cycles, and prods. made in moulds treated with (I) have good painting and adhesive bonding properties.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide



⑩ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND
DEUTSCHES
PATENTAMT



⑫ Offenlegungsschrift
⑩ DE 42 31 184 A 1

⑯ Int. Cl. 6;
C 08 L 83/10
C 08 G 77/06
C 08 J 3/03
C 09 G 1/04
C 09 G 1/16
C 10 M 173/02
// C08J 3/24, C08K
5:57, C10M 107/50,
C10N 40:36

DE 42 31 184 A 1

⑪ Aktenzeichen: P 42 31 184.5
⑫ Anmeldetag: 17. 9. 92
⑬ Offenlegungstag: 24. 3. 94

⑪ Anmelder:
Wacker-Chemie GmbH, 81737 München, DE

⑫ Erfinder:
Sejpka, Johann, Dipl.-Chem. Dr., 8261 Marktl, DE;
Wimmer, Franz, 8263 Burghausen, DE

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑭ Wässrige Dispersionen von Organopolysiloxan
⑮ Wässrige Dispersionen von Organopolysiloxanen, herstellbar unter Verwendung der Ausgangsstoffe
(A) kondensationsfähige Gruppen aufweisendes Organopolysiloxan,
(B) Silan der Formel
 $R^2Si(OR^3)_2$
wörlin R^2 und R^3 die in Anspruch 1 angegebene Bedeutung
haben,
(C) Silan der Formel
 $R^4Si(OR^5)_2$
wörlin R^4 und R^5 die in Anspruch 1 angegebene Bedeutung
haben,
(D) Vernetzungskatalysator,
(E) Emulgator und
(F) Wasser.

DE 42 31 184 A 1

Beschreibung

Die Erfindung betrifft wässrige Dispersionen von Organopolysiloxanen, die sich nach Entfernen von Wasser in Elastomere überführen lassen, Verfahren zu deren Herstellung und deren Verwendung.

Wässrige Dispersionen von Organopolysiloxanen sind bereits vielfach bekannt. Hierzu sei beispielsweise auf DE-OS 27 20 457 (Toray Silicone Co., Ltd.; ausgegeben am 24. November 1977) verwiesen, worin Siliciummassen aus α,ω -Dihydroxydiorganopolysiloxan, Trialkoxysilan, Katalysator, Emulgator und Wasser beschrieben sind. Des Weiteren werden in US-PS 4,618,645 (Dow Corning Corp.; ausgegeben am 21. Oktober 1986) wässrige Organopolysiloxanlatices aus α,ω -Dihydroxydiorganopolysiloxan, Trialkoxyalkylsilan und/oder Tetraalkoxysilan, Emulgator und Wasser offenbart.

Gegenstand der Erfindung sind wässrige Dispersionen von Organopolysiloxanen, herstellbar unter Verwendung der Ausgangsstoffe

A) kondensationsfähige Gruppen aufweisendes Organopolysiloxan,

B) Silan der Formel

$R^2Si(OR^3)_3$ (I)

worin

R^2 gleiche oder verschiedene Kohlenwasserstoffreste mit 1 bis 18 Kohlenstoffatom(en) bedeutet und R^3 gleich oder verschieden sein kann und Wasserstoffatom oder Alkylrest mit 1 bis 6 Kohlenstoffatom(en) bedeutet,

C) Silan der Formel

$R^4_2Si(OR^5)_2$ (II),

worin

R^4 gleiche oder verschiedene Kohlenwasserstoffreste mit 1 bis 18 Kohlenstoffatom(en) bedeutet und R^5 gleich oder verschieden sein kann und Wasserstoffatom oder Alkylrest mit 1 bis 6 Kohlenstoffatom(en) bedeutet,

D) Vernetzungskatalysator,

E) Emulgator und

F) Wasser.

Die erfindungsgemäß eingesetzten, kondensationsfähige Gruppen aufweisenden Organopolysiloxane (A) sind vorzugsweise solche der Formel

$RO-[SiR^1_2O]_n-R$ (III),

worin

R gleich oder verschieden sein kann und Wasserstoffatom oder Alkylrest mit 1 bis 30 Kohlenstoffatom(en) bedeutet,

R^1 gleiche oder verschiedene Kohlenwasserstoffreste mit 1 bis 18 Kohlenstoffatom(en), die gegebenenfalls mit Halogenatomen, Aminogruppen, Ethergruppen, Estergruppen, Epoxygruppen, Mercaptogruppen, Cyanogruppen oder (Poly)glykolresten substituiert sind, wobei letztere aus Oxyethylen- und/oder Oxypropyleneinheiten aufgebaut sind, bedeutet und

n eine ganze Zahl von 30 bis 600, bevorzugt 50 bis 400, ist.

Beispiele für Kohlenwasserstoffreste R^1 sind Alkylreste, wie der Methyl-, Ethyl-, n-Propyl-, iso-Propyl-,

1-n-Butyl-, 2-n-Butyl-, iso-Butyl-, tert-Butyl-, n-Pentyl-, iso-Pentyl-, neo-Pentyl-, tert-Pentylrest; Hexylreste, wie der n-Hexylrest; Heptylreste, wie der n-Heptylrest; Octylreste, wie der n-Octylrest und iso-Octylreste, wie der 2,2,4-Trimethylpentylrest; Nonylreste, wie der n-Nonylrest; Decylreste, wie der n-Decylrest; Dodecylreste, wie der n-Dodecylrest; Octadecylreste, wie der n-Octadecylrest; Alkenylreste, wie der Vinyl- und der Allylrest; Cycloalkylreste, wie Cyclopentyl-, Cyclohexyl-, Cycloheptylreste und Methylcyclohexylreste; Arylreste, wie der Phenyl-, Naphthyl-, Anthryl- und Phenanthrylrest; Alkarylreste, wie o-, m-, p-Tolylreste, Xylyreste und Ethylphenylreste; Aralkylreste, wie der Benzylrest, der α - und der β -Phenylethylrest.

Beispiele für substituierte Kohlenwasserstoffreste R^1 sind halogenierte Reste wie der 3-Chlorpropylrest, der 3,3,3-Trifluorpropylrest, Chlorphenylreste, Hexafluorpropylreste, wie der 1-Trifluormethyl-2,2,2-trifluorethylrest; der 2-(Perfluorhexyl)ethylrest, der 1,1,2,2-Tetrafluoroethylxyloxypropylrest, der 1-Trifluormethyl-2,2,2-trifluoroethylxyloxypropylrest, der Perfluorisopropoxypropylrest; durch Aminogruppen substituierte Reste, wie der N-(2-aminoethyl)-3-aminopropylrest, der 3-Aminopropylrest und der 3-(Cyclohexylamino)propylrest; etherfunktionelle Reste, wie der 3-Methoxypropylrest und der 3-Ethoxypropylrest; cyanofunktionelle Reste, wie der 2-Cyanoethylrest; esterfunktionelle Reste, wie der Methacryloxypropylrest; epoxyfunktionelle Reste, wie der Glycidoxypropylrest und schwefelfunktionelle Reste, wie der 3-Mercaptopropylrest.

Bevorzugt als Rest R^1 ist der Methylrest.

Beispiele für Alkylreste R sind die für R^1 angegebenen Beispiele für Alkylreste.

Bevorzugte Reste R sind Wasserstoffatom und Alkylgruppen mit 1 bis 4 Kohlenstoffatom(en), wobei Wasserstoffatom besonders bevorzugt ist.

Der Durchschnittswert für die Zahl n in Formel (III) ist vorzugsweise so gewählt, daß das Organopolysiloxan der Formel (III) eine Viskosität zwischen 30 und 50 000 mPa·s, insbesondere zwischen 100 und 10 000 mPa·s, jeweils gemessen bei einer Temperatur von 25°C, besitzt.

Obwohl in Formel (III) nicht angegeben, können bis zu 10 Molprozent der Diorganosiloxaneinheiten durch andere, meist jedoch nur als mehr oder weniger schwer vermeidbare Verunreinigungen vorliegende Siloxaneinheiten, wie $R^1_3SiO_{1/2}$, $R^1SiO_{3/2}$ - und $SiO_{4/2}$ -Einheiten, ersetzt sein, wobei R^1 die vorstehend dafür angegebene Bedeutung hat.

Die Polydiorganosiloxane gemäß Formel (III) können nach in der Fachwelt bekannten Verfahren, beispielsweise durch Polymerisation bzw. Kondensation niedermolekularer cyclischer bzw. linearer, hydroxy- und/oder alkoxyendblockierter Organopolysiloxane, hergestellt werden. Hierzu sei beispielsweise auf W. Noll, "Chemistry and Technology of Silicones", 1968, Academic Press Inc, Seite 218ff, verwiesen.

Bei dem erfindungsgemäß eingesetzten, kondensationsfähigen Gruppen aufweisenden Organopolysiloxan (A) kann es sich um eine einzelne Art wie auch um ein Gemisch aus mindestens zwei Arten derartiger kondensationsfähigen Gruppen aufweisender Organopolysiloxane handeln.

Beispiele für Rest R^2 und R^4 sind die für Rest R^1 gleich Alkylrest mit 1 bis 18 Kohlenstoffatom(en) angegebenen Beispiele, wobei jeweils unabhängig voneinander der Methylrest bevorzugt ist.

Beispiele für Rest R^3 und R^5 sind die für Rest R gleich Alkyrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatom(en) angegebenen Beispiele, wobei jeweils unabhängig voneinander der Methyl- und der Ethylrest bevorzugt sind.

Beispiele für Silan der Formel (I) sind Methyltrimethoxysilan, Methyltriethoxysilan und Phenyltriethoxysilan, wobei Methyltrimethoxysilan und Methyltriethoxysilan bevorzugt und Methyltrimethoxysilan besonders bevorzugt eingesetzt werden.

Zur Herstellung der erfundungsgemäßen wäßrigen Dispersionen von Organopolysiloxanen wird Silan der Formel (I) in Mengen von vorzugsweise 1 bis 10 Gewichtsteilen, besonders bevorzugt 3 bis 5 Gewichtsteilen, jeweils bezogen auf 100 Gewichtsteile kondensationsfähige Gruppen aufweisendes Organopolysiloxan (A), eingesetzt.

Beispiele für Silan der Formel (II) sind Dimethyldimethoxysilan, Dimethylidethoxysilan, Vinylmethyldimethoxysilan, Methyl-3-(2-aminoethylamino)propyldimethoxysilan, Cyclohexylmethyldimethoxysilan und Octadecylmethyldimethoxysilan, wobei Dimethyldimethoxysilan und Dimethylidethoxysilan bevorzugt und Dimethyldimethoxysilan besonders bevorzugt eingesetzt wird.

Zur Herstellung der erfundungsgemäßen wäßrigen Dispersionen von Organopolysiloxanen wird Silan der Formel (II) in Mengen von vorzugsweise 1 bis 10 Gewichtsteilen, besonders bevorzugt 3 bis 5 Gewichtsteilen, jeweils bezogen auf 100 Gewichtsteile kondensationsfähige Gruppen aufweisendes Organopolysiloxan (A), eingesetzt.

Das Gewichtsverhältnis von erfundungsgemäß eingesetztem Silan der Formel (I) zu Silan der Formel (II) beträgt vorzugsweise 3 : 1 bis 1 : 1, besonders bevorzugt 1 : 1.

Bei den erfundungsgemäß eingesetzten Silanen der Formel (I) und (II) kann es sich jeweils um eine einzelne Art wie auch um ein Gemisch aus mindestens zwei Arten derartiger Silane handeln.

Bei dem erfundungsgemäß eingesetzten Vernetzungskatalysator (D) handelt es sich vorzugsweise um (Organoo-)Metallverbindungen, wie beispielsweise die Salze von Carbonsäuren, die Alkoholate und die Halogenide der Metalle Pb, Zn, Zr, Ti, Al, Sb, Fe, Cd, Sn, Ba, Ca und Mn, wie etwa (Organoo-)Zinnverbindungen von Carbonsäuren mit 1 bis 18 Kohlenstoffatom(en), (Organoo-)Zinnhalogenide sowie Zirkonoctoat.

Beispiele für (Organoo-)Zinnverbindungen sind Zinn(II)octoat, Dibutylzinnndilaurat, Octylzinntriacetat, Diocetylzinndioctoat, Diocetylzinndiacetat, Didecylzinn-diacetat, Dibutylzinnndiacetat, Dibutylzinnndibromid, Diocetylzinnndilaurat und Triocetylzinnacetat.

Bei dem erfundungsgemäß eingesetzten Vernetzungskatalysator handelt es sich besonders bevorzugt um Di-butylzinnndilaurat und Di-n-octylzinncarboxylat, insbesondere um Di-n-octylzinncarboxylat.

Bei dem erfundungsgemäß eingesetzten Vernetzungskatalysator (D) kann es sich um eine einzelne Art wie auch um ein Gemisch aus mindestens zwei Arten derartiger Vernetzungskatalysatoren handeln.

Zur Herstellung der erfundungsgemäßen wäßrigen Dispersionen von Organopolysiloxanen wird Vernetzungskatalysator (D) in Mengen von vorzugsweise 0,3 bis 2,5 Gewichtsteilen, besonders bevorzugt 0,5 bis 1,5 Gewichtsteilen, jeweils bezogen auf 100 Gewichtsteile kondensationsfähige Gruppen aufweisendes Organopolysiloxan (A), eingesetzt.

Als Komponente (E) können kationaktive, anionakti-

ve, ampholytische sowie nichtionische Emulgatoren verwendet werden.

Beispiele für anionische Emulgatoren sind Sulfonsäuren, wie aliphatische substituierte Benzolsulfonsäuren, aliphatisch substituierte Naphthalinsulfonsäuren, aliphatische Sulfonsäuren, Silylalkylsulfonsäuren und aliphatisch substituierte Diphenylethersulfonsäuren, Alkalisulfonatizinoleate, sulfonierte Glycerinester von Fettsäuren, Salze von sulfonierte einwertigen Alkoholestern, Amide von Aminosulfonsäuren, wie beispielsweise das Natriumsalz von Oleylmethyltaurid, Alkalisalze von sulfonierte aromatischen Kohlenwasserstoffen, wie Natrium- α -naphthalin-monosulfonat, Kondensationsprodukte von Naphthalinsulfonsäuren mit Formaldehyd und Sulfate, wie Ammoniumlaurylsulfat, Triethanolammoniumlaurylsulfat und Natriumlaurylethersulfat.

Beispiele für nichtionische Emulgatoren sind Saponine, Additionsprodukte von Fettsäuren mit Ethylenoxid, wie Dodecansäureester mit Tetraethylenoxid, Additionsprodukte von Ethylenoxid mit Sorbitantrioleat, Additionsprodukte von phenolischen Verbindungen mit Seitenketten mit Ethylenoxid, wie Additionsprodukte von Ethylenoxid mit Isododecylphenol, und Iminderivate, wie polymerisiertes Ethylenimin, Additionsprodukte von Alkoholen mit Ethylenoxid, wie Polyethylenlykohol-(10)-Isotridecylether.

Beispiele für kationaktive Emulgatoren sind Fettamine, quaternäre Ammoniumverbindungen, quaternäre Verbindungen des Pyridins, Morpholins und Imidazolins.

Beispiele für ampholytische Emulgatoren sind langkettige substituierte Aminosäuren, wie N-Alkyl-di-(aminoethyl)-glycin, N-Alkyl-2-aminopropionat, sowie Bataine, wie (3-Acylaminopropyl)-dimethylglycin und Alkylimidazoliumbataine.

Bevorzugt handelt es sich bei dem erfundungsgemäß eingesetzten Emulgator (E) um nichtionogene Emulgatoren, wobei ethoxilierte Fettalkohole der Formel



worin

R^6 einer Kohlenwasserstoffrest mit 5 bis 18 Kohlenstoffatomen bedeutet,

R^7 gleich oder verschieden sein kann und Wasserstoffatom oder einen Alkyrest bedeutet,

R^8 Wasserstoffatom oder einen Alkyrest bedeutet und n eine ganze Zahl von 2 bis 30, bevorzugt 2 bis 18, bedeutet, besonders bevorzugt sind.

Beispiele für Reste R^6 sind die für Rest R^1 angegebenen Beispiele für Kohlenwasserstoffreste mit 5 bis 18 Kohlenstoffatomen, wobei Kohlenwasserstoffreste mit 8 bis 14 Kohlenstoffatomen bevorzugt und Kohlenwasserstoffreste mit 10 bis 13 Kohlenstoffatomen besonders bevorzugt sind.

Beispiele für Reste R^7 sind Wasserstoffatom und Alkyreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, wobei Wasserstoffatom, der Methyl- und der Ethylrest bevorzugt und Wasserstoffatom und der Methylrest besonders bevorzugt sind.

Beispiele für Reste R^8 sind Wasserstoffatom und die für Rest R^1 angegebenen Beispiele für Alkyreste, wobei Wasserstoffatom und der Methylrest bevorzugt und Wasserstoffatom besonders bevorzugt ist.

Die für die Stabilisierung der erfundungsgemäßen wäßrigen Dispersionen von Organopolysiloxanen vor teilhafte Menge an Emulgator (E) ist stark von der Zu-

sammensetzung der jeweiligen Dispersion abhängig. Bezogen auf 100 Gewichtsteile kondensationsfähige Gruppen aufweisendes Organopolysiloxan (A) werden vorzugsweise 5 bis 25 Gewichtsprozent, besonders bevorzugt 8 bis 20 Gewichtsprozent, an Emulgator (E) eingesetzt.

Bei dem erfindungsgemäß eingesetzten Emulgator (E) kann es sich um eine einzelne Art wie auch um ein Gemisch aus mindestens zwei Arten derartiger Emulgatoren handeln.

Zur Herstellung der erfindungsgemäßen Dispersion wird vorzugsweise vollentsalztes Wasser als Komponente (F) eingesetzt.

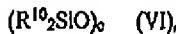
Ferner können zur Herstellung der erfindungsgemäßen wässrigen Dispersionen von Organopolysiloxanen weitere Komponenten, wie beispielsweise Organopolysiloxane der Formel



wobei

R^9 gleich oder verschieden sein kann und eine für R^1 angegebene Bedeutung hat, wobei der Methylrest bevorzugt ist, und

b eine ganze Zahl zwischen 20 und 600, bevorzugt zwischen 70 und 150, ist, 25 cyclische Organopolysiloxane der Formel



wobei

R^{10} gleich oder verschieden sein kann und eine für R^1 angegebene Bedeutung hat, wobei der Methyl-, Ethyl- und Phenylrest bevorzugt und der Methylrest besonders bevorzugt ist, und

c eine ganze Zahl von 3 bis 7, bevorzugt von 4 bis 6, ist, Tetraalkoxysilan, insbesondere Tetraethylsilikat, Schaumverhüttungsmittel, Pigmente, löslichen Farbstoffe, Fungizide sowie Riechstoffe, eingesetzt werden.

Falls zur Herstellung der erfindungsgemäßen Dispersionen Organopolysiloxane der Formel (V) verwendet werden, werden sie in Mengen von 0,1 bis 10 Gewichtsteilen, bevorzugt 1 bis 3 Gewichtsteilen, jeweils bezogen auf 100 Gewichtsteile kondensationsfähige Gruppen aufweisendes Organopolysiloxan (A), eingesetzt.

Falls zur Herstellung der erfindungsgemäßen Dispersionen Organopolysiloxane der Formel (VI) verwendet werden, werden sie in Mengen von 0,1 bis 10 Gewichtsteilen, bevorzugt 1 bis 3 Gewichtsteilen, jeweils bezogen auf 100 Gewichtsteile kondensationsfähige Gruppen aufweisendes Organopolysiloxan (A), eingesetzt.

Falls zur Herstellung der erfindungsgemäßen Dispersionen Tetraalkoxysilan verwendet wird, wird es in Mengen von 0,1 bis 5 Gewichtsteilen, bevorzugt 0,5 bis 2 Gewichtsteilen, jeweils bezogen auf 100 Gewichtsteile kondensationsfähige Gruppen aufweisendes Organopolysiloxan (A), eingesetzt.

Von jeder der vorstehend als eine weitere Komponente zur Herstellung der erfindungsgemäßen wässrigen Dispersionen genannten Gruppe von Stoffen kann jeweils als eine Komponente ein Stoff dieser Gruppe oder auch ein Gemisch aus mindestens zwei verschiedenen dieser Stoffe verwendet werden.

Die erfindungsgemäßen wässrigen Dispersionen von Organopolysiloxanen können in der gleichen Weise hergestellt werden, in der auch bisher wässrige Dispersionen von Organopolysiloxanen hergestellt werden.

Das Emulgieren bzw. Dispergieren kann in üblichen,

zur Herstellung von Emulsionen bzw. Dispersionen geeigneten Mischgeräten, wie beispielsweise schnelllaufenden Stator-Rotor-Rührgeräten nach Prof. P. Willems, bekannt unter dem registrierten Warenzeichen "Ultra-Turrax", erfolgen. Hierzu sei noch auf Ullmanns Encyclopädie der Technischen Chemie, Urban & Schwarzenberg, München, Berlin, 3. Auflage, Band 1, Seite 720 ff, verwiesen. Das Emulgieren der einzelnen Komponenten wird vorzugsweise bei einer Temperatur von 20 bis 50°C und einem Druck von bevorzugt 900 bis 1100 hPa durchgeführt.

Bei den erfindungsgemäßen wässrigen Dispersionen von Organopolysiloxanen werden Feststoffgehalte von bis zu 60 Gewichtsprozent erreicht. Als Feststoffgehalt ist hier der Gewichtsanteil aller Bestandteile der Dispersion außer Wasser am Gesamtgewicht der Dispersion zu verstehen. Vorzugsweise haben die erfindungsgemäßen wässrigen Dispersionen von Organopolysiloxanen Feststoffgehalte von 30 bis 50 Gewichtsprozent, besonders bevorzugt von 35 bis 45 Gewichtsprozent. Niedrigere Feststoffgehalte sind selbstverständlich möglich, jedoch wirtschaftlich wenig sinnvoll.

Die erfindungsgemäßen wässrigen Dispersionen haben den Vorteil, daß sie frei von organischem Lösungsmittel sind oder organisches Lösungsmittel in Mengen von höchstens 5 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamtgewicht der erfindungsgemäßen Dispersion, enthalten.

Die erfindungsgemäßen wässrigen Dispersionen von 30 Organopolysiloxanen härten schon bei Raumtemperatur innerhalb kurzer Zeit nach Verdampfen des Wassers zu Elastomeren aus.

Des weiteren haben die erfindungsgemäßen Dispersionen den Vorteil, daß sie eine hohe Stabilität haben. So wird selbst nach einer mehrmonatigen Lagerung bei Temperaturen im Bereich von 5°C bis 40°C keine Änderung der chemischen und physikalischen Eigenschaften, insbesondere hinsichtlich der Vernetzungsgeschwindigkeit und der Viskosität des emulgierten Wirkstoffs, beobachtet.

Die erfindungsgemäßen wässrigen Dispersionen von Organopolysiloxanen können für alle Zwecke eingesetzt werden, für die auch bisher wässrige Dispersionen von Organopolysiloxanen verwendet werden. Sie können beispielsweise als Dichtungsmassen, Farben, Anstrichsysteme und als elektrisch isolierende bzw. leitende, hydrophobe, klebrige Stoffe abweisende Beschichtungssysteme oder als Grundlage bzw. Zusätze zu solchen Systemen dienen. Je nach Verwendung können die erfindungsgemäßen Dispersionen beliebig mit Wasser verdünnt und mit Zusatzstoffen versetzt werden.

Insbesondere können die erfindungsgemäßen Dispersionen zur Herstellung von Pflegemitteln für harte Oberflächen, wie beispielsweise Automobilkarosserien, verwendet werden. Pflegemittel für harte Oberflächen unter Verwendung von Organopolysiloxandispersionen sind bereits bekannt.

Hierzu sei z. B. auf US 4,936,914 (Johnson & Con, Inc.; ausgegeben am 26. Juni 1990) verwiesen.

Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind Pflegemittel für harte Oberflächen unter Verwendung der erfindungsgemäßen wässrigen Dispersionen von Organopolysiloxanen.

Vorzugsweise enthalten die erfindungsgemäßen Pflegemittel die erfindungsgemäße wässrige Dispersion in Mengen von 2 bis 10 Gewichtsprozent, bevorzugt 4 bis 8 Gewichtsprozent, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht des Pflegemittels.

Zur Herstellung der erfindungsgemäßen Pflegemittel werden die erfindungsgemäßen Dispersionen mit in Pflegemitteln für harte Oberflächen üblicherweise verwendeten Zusatzstoffen vermischt.

Beispiele für solche Zusatzstoffe sind Wachse, wie natürliche Wachse pflanzlichen Ursprungs, wie Carnaubawachs und Candelillawachs, Montansäure- und Montanesterwachse, anoxidierte synthetische Paraffine, Polyethylenwachse, Polyvinyletherwachse und metallseifenhaltiges Wachs, Mineralöl, Verdickungsmittel, wie Homopolysaccharide, Heteropolysaccharide, Polyacrylate, Carboxy- und Hydroxymethylcellulose, Schleifmittel, wie Pollertonerde, sog. Kieselkreide, pyrogene Kieselsäure und natürliche Kieselgur, wie beispielsweise "Snow Floss" der Fa. Lehmann & Foß, Konservierungsmittel, wie Formaldehyd, Parabene, Benzylalkohol, Salicylsäure und deren Salze, Benzoësäure und deren Salze sowie Isothiazolinone, sowie Additive, wie Duftstoffe, Farbstoffe, UV-absorbierende Mittel und Antistatika.

Die einzelnen Zusatzstoffe können zur Herstellung des erfindungsgemäßen Pflegemittels in Form einer Emulsion eingesetzt werden, was insbesondere bei wasserunlöslichen Zusatzstoffen bevorzugt ist, oder direkt zugesetzt werden, was insbesondere bei wasserlöslichen Stoffen bevorzugt ist.

Vorzugsweise enthalten die erfindungsgemäßen Pflegemittel Wachse in Mengen von 1 bis 10 Gewichtsprozent, besonders bevorzugt 3 bis 7 Gewichtsprozent, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht des Pflegemittels.

Vorzugsweise enthalten die erfindungsgemäßen Pflegemittel Mineralöl in Mengen von 0 bis 10 Gewichtsprozent, besonders bevorzugt 0 Gewichtsprozent, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht des Pflegemittels.

Vorzugsweise enthalten die erfindungsgemäßen Pflegemittel Verdickungsmittel in Mengen von 0 bis 2 Gewichtsprozent, besonders bevorzugt 0 bis 0,5 Gewichtsprozent, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht des Pflegemittels.

Vorzugsweise enthalten die erfindungsgemäßen Pflegemittel Schleifmittel in Mengen von 0 bis 15 Gewichtsprozent, besonders bevorzugt 0 bis 5 Gewichtsprozent, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht des Pflegemittels.

Vorzugsweise enthalten die erfindungsgemäßen Pflegemittel Konservierungsmittel in Mengen von 0,01 bis 0,5 Gewichtsprozent, besonders bevorzugt 0,05 bis 0,1 Gewichtsprozent, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht des Pflegemittels.

Vorzugsweise enthalten die erfindungsgemäßen Pflegemittel Additive in Mengen von 0,1 bis 2 Gewichtsprozent, besonders bevorzugt 0,1 bis 0,5 Gewichtsprozent, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht des Pflegemittels.

Von jeder der vorstehend als mögliche Komponente für die erfindungsgemäßen wäßrigen Pflegemittel genannten Gruppen von Stoffen kann jeweils als eine Komponente ein Stoff dieser Gruppe oder auch ein Gemisch aus mindestens zwei verschiedenen dieser Stoffe verwendet werden.

Die erfindungsgemäßen Pflegemittel enthalten Wasser vorzugsweise in Mengen von 40 bis 95 Gewichtsprozent, besonders bevorzugt 70 bis 90 Gewichtsprozent, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht des Pflegemittels, wobei es sich vorzugsweise um entmineralisiertes Wasser handelt.

Die einzelnen Komponenten des erfindungsgemäßen Pflegemittels können auf beliebige Art und Weise miteinander vermischt werden. Vorzugsweise werden die

einzelnen Komponenten mit Hilfe eines schnellaufenden Propellerrührers homogen vermischt.

Die erfindungsgemäßen Polermittel haben eine Wirkstoff- und Emulsionsstabilität von mindestens einem Jahr bei einer sachgemäßen Lagerung bei Raumtemperatur.

Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zur pflegenden Behandlung von harten Oberflächen, dadurch gekennzeichnet, daß das erfindungsgemäße Pflegemittel auf die harte Oberfläche aufgebracht wird.

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren wird das erfindungsgemäße Pflegemittel durch Sprühen, Tauchen oder mit einem Hilfsmittel, wie Watte, Textilien und Schwamm, aufgetragen und verrieben. Das erfindungsgemäße Pflegemittel hat den Vorteil, daß es sich leicht auftragen und gut verreiben läßt.

Bei den zu behandelnden harten Oberflächen handelt es sich insbesondere um metallische Oberflächen, lackierte Oberflächen und Kunststoffoberflächen. Ausgezeichnet eignet sich das erfindungsgemäße Pflegemittel zur Behandlung von Automobilkarosserien.

Die erfindungsgemäßen Pflegemittel haben den Vorteil, daß sie kein organisches Lösungsmittel bzw. organisches Lösungsmittel nur in äußerst geringen Mengen, zum Beispiel als Konservierer, enthalten.

Des Weiteren haben sie den Vorteil, daß mit den erfindungsgemäßen Pflegemitteln eine ausgezeichnete Wittrings- und Waschbeständigkeit erzielt wird.

Des Weiteren eignen sich die erfindungsgemäßen Dispersionen als Trennmittel für eine große Zahl organischer Polymere, wie beispielsweise Polyurethane und Epoxidharze. Derartige Trennmittel auf der Basis von Organopolysiloxanen sind bereits bekannt.

Hierzu sei beispielsweise auf EP 463 420 A (Klöber Chemie KG; ausgegeben am 2. Januar 1992) und US 4,936,917 (Air Products and Chemicals, Inc.; ausgegeben am 26. Juni 1990) verwiesen.

Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind Trennmittel für organische Polymere, dadurch gekennzeichnet, daß sie die erfindungsgemäße Dispersion enthalten.

Zusätzlich zur erfindungsgemäßen Dispersion kann das erfindungsgemäße Trennmittel noch in Trennmitteln üblicherweise verwendete Stoffe enthalten.

Beispiele für solche Stoffe sind Wachse, wie Paraffinwachse, Polyethylenwachse, Säurewachse, Esterwachse und Organopolysiloxanwachse, anorganische Stoffe, wie Glimmer, Bentone, Sulfate und Carbonate, Salze höherer gesättigter oder ungesättigter Carbonsäuren, wie Calciumstearat, Lithiumstearat und Oleate, Konservierungsmittel, wie Formaldehyd, sowie Benzine, deren Konzentrationsbereich je nach Art der Anwendung über weite Bereiche variiert werden kann.

Vorzugsweise enthalten die erfindungsgemäßen Trennmittel Konservierungsmittel in Mengen von 0,01 bis 0,5 Gewichtsprozent, besonders bevorzugt 0,01 bis 0,1 Gewichtsprozent, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht des Trennmittels.

Von jeder der vorstehend als mögliche Komponente für die erfindungsgemäßen wäßrigen Trennmittel genannten Gruppen von Stoffen kann jeweils als eine Komponente ein Stoff dieser Gruppe oder auch ein Gemisch aus mindestens zwei verschiedenen dieser Stoffe verwendet werden.

Die einzelnen Komponenten des erfindungsgemäßen Trennmittels können auf beliebige Art und Weise miteinander vermischt werden. Vorzugsweise werden die

einzelnen Stoffe vorgelegt und mit Wasser auf die Anwendungskonzentration verdünnt.

Die erfindungsgemäßen Trennmittel werden auf die Oberflächen der Gegenstände, von denen sich die Polymere ablösen lassen sollen, wie z. B. auf die Innenwände von Gieß- oder Spritzformen, aufgetragen. Nach dem Entfernen des Wassers härtet das aufgetragene Trennmittel zu einem elastischen Trennfilm aus.

Das Auftragen des Trennmittels auf die Oberfläche kann in beliebiger und vielfach bekannter Weise erfolgen, wie beispielsweise durch Sprühen, Tauchen, Streichen oder Gießen.

Bei den Formen, von denen sich die Polymere ablösen lassen sollen, kann es sich um beliebige Formen, wie beispielsweise Metallformen, wie etwa aus Stahl oder Aluminium, oder um Kunststoffformen, wie etwa aus Polyurethan, handeln.

Das erfindungsgemäße Trennmittel hat den Vorteil, daß bis zum Nachlassen des Trenneffekts und erneutem Aufbringen des Trennmittels zahlreiche Entformungen erzielt werden können.

Das erfindungsgemäße Trennmittel hat den Vorteil, daß die aus den erfindungsgemäß behandelten Formen gelösten Gegenstände gut lackierbar und verklebbar sind.

In den nachstehend beschriebenen Beispielen beziehen sich alle Angaben von Teilen und Prozentsätzen, falls nicht anders angegeben, auf das Gewicht. Des Weiteren beziehen sich alle Viskositätsangaben auf eine Temperatur von 25°C. Sofern nicht anders angegeben, wurden die nachstehenden Beispiele bei einem Druck der umgebenden Atmosphäre, also etwa 1000 hPa, und bei Raumtemperatur, also bei etwa 20°C, bzw. bei einer Temperatur, die sich beim Zusammengießen der Reaktanden bei Raumtemperatur ohne zusätzliche Heizung oder Kühlung einstellt, durchgeführt.

Die Teilchengrößen der erfindungsgemäßen Dispersionen werden mit Hilfe eines Geräts des Typs "Autosizer 2C" der Firma Mutek, D-Hersching, ermittelt. Das Gerät erfaßt Teilchengrößen im Bereich von 3 bis 3000 nm.

Beispiel 1

32 Teile α,ω -Dihydroxypolydimethylsiloxan mit einer Viskosität von 6000 mPa·s, 1,5 Teile Methyltriethoxysilan, 1,5 Teile Dimethyldimethoxysilan und 4,0 Teile Isotridecylethoxylat mit ca. 8 Ethylenoxideinheiten (käuflich erhältlich unter der Bezeichnung "Genapol X080" bei der Hoechst AG) werden mit einem schnellaufenden Rührer vermischt. Anschließend werden 59,8 Teile Wasser langsam eingearbeitet und 1,2 Teile einer 25%igen Dispersion von Di-n-octylzinnkarboxylat in Wasser zugegeben. Es wird eine dünnflüssige Emulsion mit einem Festgehalt von 35%, einem pH-Wert von 7,5 und einer durchschnittlichen Teilchengröße von 250 nm erhalten, die mindestens 6 Monate lagerfähig ist.

Beispiel 2

40 Teile α,ω -Dihydroxypolydimethylsiloxan mit einer Viskosität von 20 000 mPa·s, 3 Teile Methyltriethoxysilan, 1 Teil Dimethyldimethoxysilan, 2,0 Teile α,ω -Trimethylsilyldimethylpolysiloxan mit einer Viskosität von 350 mPa·s und 5,0 Teile n-Nonylphenolethoxylat mit ca. 10 Ethylenoxidinheiten (käuflich erhältlich unter der Bezeichnung "Arkopal N100" bei der Hoechst AG) werden mit einem schnellaufenden Rührer vermischt. An-

schließend werden 47,5 Teile Wasser langsam eingearbeitet und 1,5 Teile einer 25%igen Lösung von Di-n-butylzinnkarboxylat in Wasser zugegeben. Es wird eine dünnflüssige Emulsion mit einem Festgehalt von 45%, einem pH-Wert von 7,5 und einer durchschnittlichen Teilchengröße von 250 nm erhalten, die mindestens 6 Monate lagerfähig ist.

Beispiel 3

32 Teile α,ω -Dihydroxypolydimethylsiloxan mit einer Viskosität von 1000 mPa·s, 1,5 Teile Methyltriethoxysilan, 1,5 Teile Dimethyldimethoxysilan und 4,0 Teile Isotridecylethoxylat mit ca. 8 Ethylenoxideinheiten (käuflich erhältlich unter der Bezeichnung "Genapol X080" bei der Hoechst AG) werden mit einem schnellaufenden Rührer vermischt. Anschließend werden 58,8 Teile Wasser langsam eingearbeitet und 1,2 Teile einer 25%igen Dispersion von Di-n-octylzinnkarboxylat und Zirkonocatoat im Verhältnis 1 : 1 in Wasser zugegeben. Es wird eine dünnflüssige Emulsion mit einem Festgehalt von 35%, einem pH-Wert von 7,5 und einer durchschnittlichen Teilchengröße von 250 nm erhalten, die mindestens 6 Monate lagerfähig ist.

Beispiel 4

2,0 Teile α,ω -Trimethylsilyldimethylpolysiloxan mit einer Viskosität von 100 mPa·s, 5,0 Teile Montanwachs (käuflich erhältlich unter der Bezeichnung "KSE" bei der Hoechst AG) und 5,0 Teile Paraffinwachs werden bei einer Temperatur von 80°C vermischt und unter Rühren mit 77,5 Teilen Wasser, welches eine Temperatur von 85°C hat, versetzt. Anschließend werden 0,4 Teile Polysaccharid (käuflich erhältlich unter der Bezeichnung "Xanthan" bei der Firma Jungbunzlauer, A-Wien) zugegeben, die Mischung auf Raumtemperatur abkühlen gelassen und nacheinander 5,0 Teile der in Beispiel 3 hergestellten Emulsion, 5,0 Teile Schleifmittel (käuflich erhältlich unter der Bezeichnung "Silitin" bei der Firma Hoffmann-Mineral) und 0,1 Teile Formaldehyd (40%ig) zugegeben.

Es wird ein Pflegemittel mit cremiger Konsistenz erhalten. Dieses Pflegemittel wird auf eine lackierte Oberfläche aufgetragen und nach kurzem Antrocknen auspoliert, wobei eine hohe Witterungsbeständigkeit erreicht wird.

Beispiel 5

6,0 Teile der in Beispiel 1 hergestellten Emulsion, 5,0 Teile einer Emulsion von α,ω -Trimethylsilyldimethylpolysiloxan (käuflich erhältlich unter der Bezeichnung "Ölemulsion E10" bei der Wacker-Chemie GmbH), 32,0 Teile einer Montanwachsemulsion (käuflich erhältlich unter der Bezeichnung "KSE" bei der Hoechst AG mit einem Festgehalt von 12%), 56,9 Teile entmineralisiertes Wasser und 0,1 Teile Formaldehyd (40%ig) werden in der angegebenen Reihenfolge unter ständigem Rühren miteinander vermischt.

Es wird ein Pflegemittel mit dünnflüssiger Konsistenz erhalten. Dieses Pflegemittel wird auf eine lackierte Oberfläche aufgetragen und nach kurzem Antrocknen auspoliert, wobei eine hohe Witterungsbeständigkeit erreicht wird.

Beispiel 6

10,0 Teile der in Beispiel 2 beschriebenen Emulsion und 20,0 Teile einer Montanwachsemulsion (käuflich erhältlich unter der Bezeichnung "KSE" bei der Hoechst AG mit einem Festgehalt von 12%) werden unter ständigem Rühren miteinander vermischt, 64,9 Teile entmineralisiertes Wasser zugegeben und 5,0 Teile Calciumstearat sowie 0,1 Teile Formaldehyd (40%ig) eingerührt.

Die so erhaltene Mischung wird nun mit entmineralisiertem Wasser auf Anwendungskonzentrationen von 1 : 1 bis 1 : 100 verdünnt.

Die Formoberflächen werden mit den wäßrigen Verdünnungen behandelt. Nach dem Ablösen des Wassers bildet sich jeweils ein elastischer Trennfilm, der Mehrfachabformungen erlaubt, sich nicht auf den Formling überträgt und somit eine einfache Weiterverarbeitung, wie Verkleben oder Lackieren, ermöglicht.

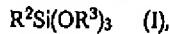
Patentansprüche

20

1. Wäßrige Dispersionen von Organopolysiloxanen, herstellbar unter Verwendung der Ausgangsstoffe

A) kondensationsfähige Gruppen aufweisende Organopolysiloxane, 25

B) Silan der Formel



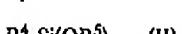
30

worin

R^2 gleiche oder verschiedene Kohlenwasserstoffreste mit 1 bis 18 Kohlenstoffatom(en) bedeutet und

R^3 gleich oder verschieden sein kann und Wasserstoffatom oder Alkylrest mit 1 bis 6 Kohlenstoffatom(en) bedeutet,

C) Silan der Formel



40

worin

R^4 gleiche oder verschiedene Kohlenwasserstoffreste mit 1 bis 18 Kohlenstoffatom(en) bedeutet und

R^5 gleich oder verschieden sein kann und Wasserstoffatom oder Alkylrest mit 1 bis 6 Kohlenstoffatom(en) bedeutet,

D) Vernetzungskatalysator,

E) Emulgator und

F) Wasser.

45

2. Wäßrige Dispersionen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als kondensationsfähige Gruppen aufweisende Organopolysiloxane (A) solche der Formel

55



worin

R gleich oder verschieden sein kann und Wasserstoffatom oder Alkylrest mit 1 bis 30 Kohlenstoffatom(en) bedeutet,

R^1 gleiche oder verschiedene Kohlenwasserstoffreste mit 1 bis 18 Kohlenstoffatom(en), die gegebenenfalls mit Halogenatomen, Aminogruppen, Ethergruppen, Estergruppen, Epoxygruppen, Mercaptogruppen, Cyanogruppen oder (Poly)glykolresten substituiert sind, wobei letztere aus Oxyethy-

len- und/oder Oxypropylenheiten aufgebaut sind, bedeutet und

n eine ganze Zahl von 30 bis 600 ist, eingesetzt werden.

3. Wäßrige Dispersionen nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Gewichtsverhältnis von Silan der Formel (I) zu Silan der Formel (II) 3 : 1 bis 1 : 1 beträgt.

4. Wäßrige Dispersionen nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß als Emulgator (E) nichtionogene Emulgatoren der Formel



worin

R^6 einen Kohlenwasserstoffrest mit 5 bis 18 Kohlenstoffatomen bedeutet,

R^7 gleich oder verschieden sein kann und einen Alkylrest bedeutet,

R^8 Wasserstoffatom oder einen Alkylrest bedeutet und

a eine ganze Zahl von 2 bis 30 bedeutet, eingesetzt werden.

5. Pflegemittel für harte Oberflächen, welche wäßrige Dispersionen von Organopolysiloxanen gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4 enthalten.

6. Pflegemittel nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß es wäßrige Dispersionen von Organopolysiloxanen in Mengen von 2 bis 10 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamtgewicht des Pflegemittels, enthält.

7. Verfahren zur pflegenden Behandlung von harten Oberflächen, dadurch gekennzeichnet, daß das Pflegemittel gemäß Anspruch 5 oder 6 auf die harte Oberfläche aufgebracht wird.

8. Trennmittel für organische Polymere, welche wäßrige Dispersionen von Organopolysiloxanen gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4 enthalten.

- Leerseite -

Family list2 family member for: **DE4231184**

Derived from 1 application

[Back to DE423](#)

1 Aq. polysiloxane dispersions, useful in polish and release agents -
contain organo-polysiloxane with condensable gps., mono- and di-alkyl
alkoxy-silane(s), crosslinking catalyst, emulsifier and water

Inventor: SEJPKA JOHANN DIPL CHEM DR (DE); **Applicant:** WACKER CHEMIE GMBH (DE)
WIMMER FRANZ (DE)

EC: C08L83/04; C09G1/04; (+3) **IPC:** C08L83/04; C09G1/04; C09G1/12 (+16)

Publication info: **DE4231184 A1** - 1994-03-24
DE4231184 C2 - 1996-10-02

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide